# **PATENT**

# IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

re application of

Hiroyuki UWAZUMI, et al.

Serial No.: 10/772,082

Group Art Unit:

Filed: February 4, 2004

Examiner:

For:

SUBSTRATE FOR A PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM,

PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM, AND MANUFACTURING

**METHODS THEREOF** 

Certificate of Mailing

I hereby certify that this paper is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on:

Date: <u>02/19/09</u>

y: \_\_\_\_\_

# **CLAIM FOR PRIORITY**

Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications filed in the following country is hereby requested for the above-identified application and the priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

JAPAN 2003 - 027486

February 4, 2003

JAPAN 2003 - 201242

July 24, 2003

In support of this claim, certified copies of said original foreign applications are filed herewith. It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. 119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of these documents.

Respectfully submitted,

Date

Marc A. Rossi

Registration No. 31,923

Attorney Docket: FUJI:289

02/19/04

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2003年 2月 4日

出 願 番 号 Application Number: 特願2003-027486

[ST. 10/C]:

[JP2003-027486]

出 願 人
Applicant(s):

富士電機デバイステクノロジー株式会社

2004年 2月 3日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 今井康



【書類名】 特許願

【整理番号】 02P01513

【提出日】 平成15年 2月 4日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/00

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体用ディスク基板、垂直磁気記録媒体及

びそれらの製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 上住 洋之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 酒井 泰志

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 增田 光男

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 中島 典彦

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077481

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】

【識別番号】

100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】

要

# 【書類名】 明細書

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体用ディスク基板、垂直磁気記録媒体及びそれらの製造方法

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 A1合金からなる非磁性ディスク状基体上に、無電界めっき法により下地層が形成されてなる垂直磁気記録媒体用ディスク基板において、前記下地層が、少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P系合金からなる軟磁性下地層であり、かつ前記軟磁性下地層の膜厚が3μm以上であることを特徴とする垂直磁気記録媒体用ディスク基板。

【請求項2】 A1合金からなる非磁性ディスク状基体上に、無電界めっき法により下地層が形成されてなる垂直磁気記録媒体用ディスク基板において、前記下地層が、Ni-P合金を主体とする非磁性下地層上に、少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P系合金からなる軟磁性下地層が積層された二層構造であり、前記非磁性下地層の膜厚が $0.5\mu$ m以上 $7\mu$ m以下、前記軟磁性下地層の膜厚が $0.5\mu$ m以上、かつ前記非磁性下地層および前記軟磁性下地層の膜厚の和が $3\mu$ m以上であることを特徴とする垂直磁気記録媒体用ディスク基板。

【請求項3】 前記軟磁性下地層の表面粗さRaが0.5nm以下であり、かつ微小表面うねりWaが0.5nm以下であることを特徴とする請求項1または2記載の垂直磁気記録媒体用ディスク基板。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれかの垂直磁気記録媒体用ディスク基板の製造方法において、前記軟磁性下地層の形成後に、300℃以下の温度で30分以上の熱処理を行なうことを特徴とする垂直磁気記録媒体用ディスク基板の製造方法。

【請求項5】 請求項1乃至3のいずれかの垂直磁気記録媒体用ディスク基板の製造方法において、前記軟磁性下地層の表面を、遊離砥粒を用いたポリッシングにより平滑化することを特徴とする垂直磁気記録媒体用ディスク基板の製造方法。

【請求項6】 ディスク状基体上に少なくとも非磁性シード層、磁気記録層

、保護層を順次形成してなる垂直磁気記録媒体において、前記ディスク状基体として請求項1乃至3のいずれかの垂直磁気記録媒体用ディスク基板を用い、前記軟磁性下地層を、軟磁性裏打ち層の少なくとも一部として利用することを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 請求項6の垂直磁気記録媒体の製造方法において、前記軟磁性下地層表面に遊離砥粒を用いたテクスチャリング処理を施した後、スパッタリング法によって前記各層を形成することを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

### 【発明の属する技術分野】

本発明はコンピュータの外部記憶装置をはじめとする各種磁気記録装置に搭載される垂直磁気記録媒体及びその製造方法と、該記録媒体に用いられる垂直磁気記録媒体用ディスク基板及びその製造方法に関する。

 $[0\ 0\ 0\ 2]$ 

### 【従来の技術】

磁気記録の高密度化を実現する技術として、従来の長手磁気記録方式に代えて、垂直磁気記録方式が注目されつつある。特に、情報を記録する役割を担う磁気記録層の下側に、磁気ヘッドから発生する磁束を通しやすく、かつ飽和磁束密度Bsの高い軟磁性裏打ち層と呼ばれる軟磁性膜を付与した二層垂直磁気記録媒体は、磁気ヘッドの発生磁界強度とその磁界勾配を増加させ、記録分解能を向上させるとともに媒体からの漏洩磁束も増加させうることから、高密度記録が可能な垂直磁気記録媒体として好適であることが知られている(特許文献1参照)。

### $[0\ 0\ 0\ 3]$

この軟磁性裏打ち層としては、スパッタリング法により形成した200 n mから500 n m程度の膜厚を有するNi-Fe合金膜やFe-Si-Al合金膜、あるいはCoを主体とするアモルファス合金膜等が一般的に用いられているが、スパッタリング法によってこれらの比較的厚い膜を形成することは、生産コストや大量生産性の観点から好ましくない。

# [0004]

このような問題を解決するために、無電界めっき法により形成された軟磁性膜を、軟磁性裏打ち層として用いることが提案されている。例えば、Co-B膜(特許文献 2 参照)、Ni-Fe-P膜(特許文献 3 参照)が提案されており、いずれも軟磁性裏打ち層としての使用可能性が示唆されている。

# [0005]

一方、現在実用化されている、長手磁気記録方式を用いたハードディスク用の磁気記録媒体では、A1合金基体上に無電界めっき法により形成した、P濃度が11 w t %程度で膜厚が8  $\mu$  mから15  $\mu$  m程度の非磁性N i -P めっき膜を有する非磁性基体が用いられている。この非磁性N i -P めっき膜は主に、A1合金基体に存在する窪み等の欠陥を埋めるとともに、めっき膜表面のポリッシングにより平滑な表面を得るための役割を果たす。さらに、ハードディスク用基体として必要な表面硬度を保つために用いられている。すなわち、ハードディスク装置の動作時に、磁気ヘッドが磁気記録媒体に衝突した際に基体が損傷しないように、ある程度の表面硬度を保つことが必要とされている。

# [0006]

ここで、このような非磁性Ni-Pめっき膜は、300℃程度以上の温度で加熱処理を行なうことにより強磁性体となることから、これを垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層として使用することも提案されている。例えば、非磁性Ni-Pめっき膜に300℃以上で熱処理を施すことで軟磁性を有するNi-P膜を形成し、軟磁性裏打ち層として使用することが提案されている(特許文献4参照)。また、同様に非磁性Ni-Pめっき膜を250℃から500℃の温度で熱処理して得られた軟磁性Ni-P膜と、スパッタ法により形成したセンダスト膜を積層することで、Ni-P膜がセンダスト膜の機能を発揮するための補助として働き、有効な軟磁性裏打ち層が形成できることが提案されている(特許文献5参照)

# [0007]

非磁性Ni-Pめっき膜は、上述のように既にハードディスク用の非磁性基体に使用されている実績があり、その大量生産のための作製方法やポリッシングに

よる表面平滑化技術が良く知られている。したがって、これを加熱処理することで軟磁性裏打ち層を形成することができ、垂直磁気記録媒体のための基板として使用できれば、生産コストの観点から非常に有望である。

[0008]

【特許文献1】

特公昭58-91号公報

[0009]

【特許文献2】

特開平5-1384号公報

[0010]

【特許文献3】

特開平7-66034号公報

 $[0\ 0\ 1\ 1]$ 

【特許文献4】

特開平1-285022号公報

[0012]

【特許文献5】

特開平10-228620号公報

[0013]

【発明が解決しようとする課題】

先に述べたCo-Bめっき膜やNi-Fe-Pめっき膜を軟磁性裏打ち層として使用する場合、その表面をポリッシング加工して平滑化する必要があるが、これらの材料は硬度や加工性などが非磁性Ni-Pめっき膜とは大きく異なることが予想され、従来技術である非磁性Ni-Pめっき膜の加工技術を活用することができない。

 $[0\ 0\ 1\ 4]$ 

さらに、Ni-Fe, Co-Feあるいはその他の2元系以上の合金を主体とする材料は、無電界めっき法においてはそのめっき浴の組成等の管理が非常に困難であり、大量生産時にその品質を維持制御することが困難である。

# [0015]

一方、上述した非磁性Ni-Pめっき膜の加熱処理による軟磁性化について、発明者らが詳細に検討を行なったところ、300℃以下の温度での加熱処理ではNi-Pめっき膜を十分に軟磁性化することができず、軟磁性を出現させるために必要な300℃を超える温度での加熱処理を行なった場合には、めっき膜の表面粗さが増大してしまうことが明らかとなった。通常用いられている非磁性Ni-Pめっき膜は均一な非晶質構造を有しているが、加熱処理により軟磁性化させる際、金属Niの結晶と金属間化合物であるNi3Pの結晶が共に形成されるため、このような構造変化が表面粗さを増大させていると考えられる。表面粗さの増大は、ハードディスクの高密度化に必要不可欠な磁気ヘッド浮上量の低減を阻害するため、このような方式で軟磁性化しためっき膜を垂直磁気記録媒体用の軟磁性裏打ち層として使用することは困難である。

### [0016]

また、加熱処理後にNi-Pめっき膜のポリッシング加工を行い表面粗さを低減することも検討したが、加熱処理により結晶化した膜をポリッシングした場合、平滑な表面を得ることが困難であった。これは、金属Niの結晶と金属間化合物 $Ni_3P$ の結晶とが互いに異なる硬度を有しており、加工性が大きく異なることに起因している。

# [0017]

以上述べたとおり、従来技術を用いた場合には、高密度記録が可能な垂直磁気 記録媒体の裏打ち層を、低生産コストや大量生産性を兼ね備えて実現することが 困難であった。

# [0018]

さらに、ハードディスク用の非磁性基体として考えた場合、軟磁性めっき膜についても、その表面粗さや表面の硬度等を非磁性基体としての使用に耐え得るように設定する必要がある。

# [0019]

#### 【課題を解決するための手段】

上述の課題を解決すべく鋭意検討した結果、発明者らは、Al合金からなる非

磁性ディスク状基体上に、無電界めっき法により、少なくとも1wt%以上6w t %以下のPを含むNi-P系合金からなる軟磁性下地層を形成し、かつ軟磁性 下地層の膜厚を3μm以上とすることで、量産性に優れ、かつ垂直磁気記録媒体 の軟磁性裏打ち層としても機能し、表面硬度も確保された垂直磁気記録媒体用デ ィスク基板が実現できることを見出した。

# [0020]

さらに、同一の効果は、同じくAl合金からなる非磁性ディスク状基体上に、 無電界めっき法により少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P 系合金からなる非磁性下地層を形成した後、さらに引き続いて無電界めっき法に より、少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P系合金からなる 軟磁性下地層を形成し、非磁性下地層の膜厚を 0. 5 μ m以上 7 μ m以下、軟磁 性下地層の膜厚を 0. 5 μ m以上とし、かつ非磁性下地層と前記軟磁性下地層の 膜厚の和を3μm以上とした場合にも実現できることを見出した。

### $[0\ 0\ 2\ 1]$

この場合、A1合金基体と軟磁性下地膜の間に非磁性下地層を介在させること で、Al合金と軟磁性Ni-P合金膜との密着性を更に高めることができる。そ のための非磁性下地層の膜厚は 0. 5 μ m以上であることが望ましい。

# [0022]

また、高密度記録が可能な垂直磁気記録媒体用の軟磁性裏打ち層として機能さ せるためには、軟磁性下地層の膜厚が 0.5μm以上であることが必要である。

#### [0023]

軟磁性下地層及び非磁性下地層の膜厚の上限は特に規定されないが、いずれも 7μm以下であることが、製造コストの観点から望ましい。さらに、非磁性下地 層と軟磁性下地層の膜厚の和は3μm以上であることが、基板表面の硬度を確保 するために必要である。

# [0024]

さらに、軟磁性下地層の組成については、P濃度が1wt%以下では安定な無 電界めっき膜を形成することが困難であり、またPが6Wt%を超える場合、B s値が低下しすぎて軟磁性裏打ち層としての機能を果たさない。

# [0025]

このような構成のディスク基板を、垂直磁気記録媒体用の非磁性基体として用いるためには、軟磁性下地層の表面粗さRaが0.5 nm以下であり、かつ微小表面うねりWaが0.5 nm以下であることが、情報の記録及び再生を行なう磁気へッドの浮上量を10 nm程度あるいはそれ以下にするために必要である。そのためには、軟磁性下地層の表面を、遊離砥粒を用いたポリッシングにより平滑化する必要がある。

# [0026]

本発明の軟磁性Ni-P下地層は、めっき直後の状態でも微細な結晶粒からなる構造を有しているが、個々の結晶粒はいずれもPがNiに固溶したほぼ均一な組成を有しており、非磁性Ni-P層を加熱処理により軟磁性化させた場合そのNi-P層がNiとNi3Pという二種類の結晶から構成されるのとは異なっている。したがって、従来の非磁性Ni-P層とほぼ同様なポリッシング処理を行うことで、優れた表面平滑性を得ることができる。すなわちポリッシング処理に従来技術を活用できるという利点も有している。

# [0027]

上述した本発明による垂直磁気記録媒体用ディスク基板は、加熱処理を施さない状態でも軟磁性裏打ち層としての機能を果たすものであるが、軟磁性下地層の形成後に300 C以下の温度で30 分以上の熱処理を行なうことは、軟磁性下地層のBs値が増加するために好適である。ここに示した温度及び時間の範囲での加熱処理では、Ni  $_3$  P結晶が形成されないため、加熱処理なしの場合と同様、すなわち従来の非磁性Ni-P層とほぼ同様なポリッシング処理により表面の平滑化が可能である。

### [0028]

一方、300℃を超える温度で加熱処理を行なった場合には、非磁性Ni-P 層を加熱処理により軟磁性化した場合と同様なメカニズムにより、本発明の軟磁 性Ni-P下地層においても表面粗さの増大を招いてしまい適当ではない上、N i3P結晶が形成されてポリッシング処理による平滑化が困難となる。

#### [0029]

8/

さらに、以上説明した本発明による垂直磁気記録媒体用ディスク基板を用い、その上に少なくとも非磁性シード層、磁気記録層、保護層を順次形成した垂直磁気記録媒体は、発明者らの検討によれば、ディスク基板上の非磁性下地層が軟磁性裏打ち層として機能することから、二層垂直磁気記録媒体としての良好な記録再生特性を有しており、かつ、軟磁性裏打ち層が量産性の高い無電界めっき法により形成されていることから、これらの層を例えばスパッタリング法で形成する必要がないために非常に安価に製造することができる。

# [0030]

さらに、ディスク基板の軟磁性下地層表面に遊離砥粒を用いたテクスチャリング処理を施した後、スパッタリング法によって前記各層順次を形成することによって、ポリッシング行程によって軟磁性下地層表面に不可避的に残存するランダムなスクラッチ等による微小欠陥を回避することができ、さらに好適である。

# [0031]

# 【発明の実施の形態】

以下、本発明の好ましい実施の形態について説明する。図1は本発明の垂直磁気記録媒体用ディスク基板のうち、A1合金基体1上に軟磁性下地層3を形成したディスク基板の断面模式図、図2は本発明の垂直磁気記録媒体用ディスク基板のうち、A1合金基体1上に非磁性下地層2及び軟磁性下地層3を積層して形成したディスク基板の断面模式図を示す。

### [0032]

図1に示した垂直磁気記録媒体用ディスク基板について説明する。非磁性基体 1としては、従来のハードディスク用基板に用いられている A I - M g 合金やそれに類する材料を用いることができる。非磁性基体 1 上に形成される軟磁性下地 層 3 としては、無電界めっき法により形成した N i - P 系合金からなる軟磁性下地層が用いられる。

# [0033]

軟磁性下地層 3 としては、1 w t %以上 6 w t %以下の P を含む N i -P 系合金であることが必要である。P が 1 w t %以下では安定な無電界めっき膜を形成することが困難であり、また P が 6 w t %以上では、B s 値が低下しすぎて二層

垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層としての機能を果たさない。

# [0034]

軟磁性下地層 3 の膜厚は、基板表面の硬度を確保するために 3  $\mu$  m以上であることが必要である。膜厚の上限は特に制限されないが、製造コストの観点からは 7  $\mu$  m以下であることが望ましい。

# [0035]

次に、図2に示した垂直磁気記録媒体用ディスク基板について説明する。非磁性基体1上に非磁性下地層2及び軟磁性下地層3が順次積層されており、非磁性基体1並びに軟磁性下地層3の材料並びに組成については、上述の図1に示したディスク基板と同様である。

# [0036]

非磁性下地層 2 としては、無電界めっき法により形成された N i - P を主体とする非磁性下地層が用いられる。その組成としては、従来のハードディスク用基板に用いられている 1 1 w t %程度の P を含む N i - P 合金などを用いることができる。

# [0037]

またそれぞれの下地層の膜厚に関して説明すると、非磁性下地層 2 の膜厚は 0 .  $5 \mu$  m以上であることが、非磁性基体 1 と軟磁性下地層 3 との密着性を確保するためには望ましい。また、軟磁性下地層 3 の膜厚が 0 .  $5 \mu$  m以上であることが、垂直磁気記録媒体用の軟磁性裏打ち層として機能させるためには必要である。軟磁性下地層 3 及び非磁性下地層 2 の膜厚の上限は特に規定されないが、いずれも  $7 \mu$  m以下であることが、製造コストの観点から望ましい。さらに、非磁性下地層 2 と軟磁性下地層 3 の膜厚の和は  $3 \mu$  m以上であることが、基板表面の硬度を確保するために必要である。一方膜厚の和の上限は特に制限されないが、やはり製造コストの観点からは 1  $0 \mu$  m以下であることが望ましい。

# [0038]

以上述べたような非磁性あるいは軟磁性のNi-Pを主体とするめっき膜は、 従来から知られているような、次亜リン酸ナトリウムを還元剤とする通称カニゼンめっき法を用い、めっき浴組成、温度、PHを適切に制御することによって形 成できる。

# [0039]

一方、これらの構成のディスク基板を、垂直磁気記録媒体用の非磁性基体として用いるためには、軟磁性下地層 3 の表面粗さ R a が 0. 5 n m以下であり、かつ微小表面うねりW a が 0. 5 n m以下であることが、情報の記録及び再生を行なう磁気ヘッドの浮上量を 1 0 n m程度あるいはそれ以下にするために必要である。ここで、表面粗さ R a は、原子間力顕微鏡 A F M を用いて 5  $\mu$  m四方の領域の表面形状を測定した際の三次元画像の中心線表面粗さを示しており、また微小表面うねりW a は、Z y g o 社製光学式表面形状測定機を用いて、1 m m四方の領域を長波長 5 0 0  $\mu$  m,短波長 5 0  $\mu$  mのフィルターを通して、測定したうねりを示している。

# [0040]

このような表面形状を実現するためには、軟磁性下地層の表面を、遊離砥粒を用いたポリッシングにより平滑化する必要がある。ポリッシング処理は、先に述べたように従来の非磁性Ni-P層の場合とほぼ同様な技術が適用でき、例えば、発泡ウレタン性のポリッシングパッドを貼った両面研磨盤を用いて、酸化アルミニウムあるいはコロイダルシリカの縣濁液を研磨剤として供給しながら、研摩することによって行うことができる。

### $[0\ 0\ 4\ 1]$

このようにして作製した本発明による垂直磁気記録媒体用ディスク基板は、加熱処理を施さない状態でも軟磁性裏打ち層としての機能を果たすものであるが、軟磁性下地層の形成後に300℃以下の温度で30分以上の熱処理を行なうことは、軟磁性下地層のBs値が増加するために好適である。300℃を超える温度で加熱処理を行なうことは下地層の表面粗さの増大を招いてしまい適当ではない。またBs値の適切な増加のためには、200℃以上300℃以下の温度での加熱処理が望ましい。

#### [0042]

図3には、本発明の垂直磁気記録媒体の断面模式図を示す。垂直磁気記録媒体は、本発明の垂直磁気記録媒体用ディスク基板10上に非磁性シード層20、磁

気記録層30及び保護層40が順次形成された構造を有している。なお、この場合の垂直磁気記録媒体用ディスク基板10は、図1または図2に示された本発明のいずれかのディスク基板をさしている。

# [0043]

非磁性シード層20には、磁気記録層30の結晶配向や結晶粒径等を好ましく制御するための材料を、特に制限なく用いることができる。例えば、磁気記録層30がCoCr系合金からなる垂直磁化膜であれば、非磁性シード層20としてはCoCr系合金やTi、あるいはTi系合金、Ru等を使用することができ、磁気記録層30がCo系合金等とPtあるいはPd等を積層した、いわゆる積層垂直磁化膜である場合には、非磁性シード層20にPtやPd等を用いることができる。また、非磁性下地層20の上や下に更にプレシード層や中間層等を設けることも、本発明の効果を妨げるものではない。

# [0044]

磁気記録層30としては、垂直磁気記録媒体としての記録再生を担うことができるいかなる材料をも用いることができる。すなわち、上述のCoCr系合金や、Co系合金等とPtあるいはPd等を積層した膜等のいわゆる垂直磁化膜を用いることができる。

#### [0045]

保護層 4 0 は、例えばカーボンを主体とする薄膜が用いられる。また保護層 4 0 の形成後に、例えばパーフルオロポリエーテル等からなる液体潤滑剤層を塗布してもよい。

#### $[0\ 0\ 4\ 6]$

なお、これらの非磁性シード層20、磁気記録層30、保護層40はスパッタリング法、CVD法、真空蒸着法、めっき法などのいずれの薄膜形成方式でも形成することが可能である。

### [0047]

このようにして形成された垂直磁気記録媒体は、ディスク基板10上の非磁性 下地層3が軟磁性裏打ち層として機能することから、二層垂直磁気記録媒体とし ての良好な記録再生特性を有しており、かつ、軟磁性裏打ち層が量産性の高い無 電界めっき法により形成されていることから、これらの層を例えばスパッタリング法で形成する必要がないために非常に安価に製造することができる。

### [0048]

さらに、ディスク基板の軟磁性下地層表面に遊離砥粒を用いたテクスチャリング処理を施した後、スパッタリング法によって前記各層を形成することによって、ポリッシング行程によって軟磁性下地層表面に不可避的に残存するランダムなスクラッチ等による微小欠陥を回避することができ、さらに好適である。

# [0049]

# [実施例]

以下に本発明の実施例を記す。

#### 実施例1

非磁性基体として3.5"  $\phi$ のAI-Mg合金を用い、これをアルカリ洗浄及び酸エッチングによって表面を清浄化し、無電解Ni-Pめっきの初期反応層としてジンケート(置換亜鉛めっき)を施した。その後、下記のめっき浴を用いて、膜厚を0.5から10 $\mu$ mまで変化させたNi-P合金からなる軟磁性下地層を形成した。形成された軟磁性下地層中の平均P濃度は4 $\mu$ t%であった。

### めっき浴(1):

硫酸ニッケル25g/リットル

次亜リン酸ナトリウム 15g/リットル

酢酸ナトリウム10g/リットル

クエン酸ナトリウム 15g/リットル

pH6±0.1 (NaOHとH<sub>2</sub>S0<sub>4</sub>により調整)

液温90±1℃

#### [0050]

さらに、軟磁性下地層表面を平均粒径30 n mのコロイダルシリカと発泡ウレタン製研摩パッドを用いてポリッシュし、表面粗さR a が 0.3 n m、微小表面 うねりW a が 0.2 n mである、図1に示す垂直磁気記録媒体用ディスク基板を作製した。ポリッシュによる研磨量は膜厚に換算して 0.2 μ m程度であった。

#### [0051]

さらに、この垂直磁気記録媒体用ディスク基板を洗浄後、スパッタリング装置内に導入し、ランプヒータを用いて基板表面温度が250℃になるように10秒間加熱を行なった後、Tiターゲットを用いてTiシード層10nm、引き続きCo70Cr20Pt10ターゲットを用いてCoCrPt合金からなる磁気記録層30nmを成膜し、最後にカーボンターゲットを用いてカーボンからなる保護層8nmを成膜後、真空装置から取り出した。これらのスパッタリング成膜はすべてArガス圧5mTorrでDCマグネトロン・スパッタリング法により行なった。その後、パーフルオロポリエーテルからなる液体潤滑材層2nmをディップ法により形成し、図3に示す垂直磁気記録媒体とした。

# [0052]

なお、本実施例では、ディスク基板のポリッシング及び洗浄後に、磁気記録層の特性制御のためにスパッタリング装置内で加熱処理を行なっているが、短時間、かつ250℃での加熱処理であるため、軟磁性下地層の構造変化はほとんど生じておらず、垂直磁気記録媒体の表面粗さ、うねりはディスク基板とほぼ同等であった。

# [0053]

このようにして作製した垂直磁気記録媒体を、垂直磁気記録用の単磁極型磁気 ヘッドとともにハードディスク装置内に組みこみ、このハードディスク装置に 5 0 Gの衝撃を 1 m s の間に与えた後、光学顕微鏡によって垂直磁気記録媒体上に 生じた傷の度合いを観察した。図 9 (第 1 表)に、軟磁性下地層の膜厚に対する、媒体上の傷の度合いの変化を示す。この表から、軟磁性下地層の膜厚が 3  $\mu$  m より薄い場合には媒体表面に傷が生じているのに対し、膜厚が 3  $\mu$  m 以上の場合には媒体表面の損傷が確認できないことがわかる。

#### [0054]

#### 実施例2

非磁性基体として3.5"  $\phi$ のAl-Mg合金を用い、これをアルカリ洗浄及び酸エッチングによって表面を清浄化し、無電解Ni-Pめっきの初期反応層としてジンケート(置換亜鉛めっき)を施した。その後、市販のハードディスク基板用無電解Ni-Pめっき液(上村工業社製ニムデンHDX)をNi濃度6.0



 $\pm\,0$ .  $1\,\mathrm{g/L}$ ,  $\mathrm{p\,H\,4}$ .  $5\,\pm\,0$ . 1, 液温  $9\,2\,\pm\,1\,$   $\mathbb{C}$  に管理しためっき浴を用いて、膜厚を 0.  $5\,\mathrm{mon}$   $1\,\mathrm{mon}$   $1\,\mathrm{mo$ 

[0055]

図10 (第2表) に、実施例1と同様に評価した、非磁性下地層及び軟磁性下地層のそれぞれの膜厚に対する、媒体上の傷の度合いの変化を示す。非磁性下地層と軟磁性下地層の膜厚の和が3μmより薄い場合には媒体表面に傷が生じているのに対し、膜厚の和が3μm以上の場合には媒体表面の損傷が確認できない。

[0056]

次に、これらの垂直磁気記録媒体に対し、スピンスタンドテスターを用いて垂直磁気記録媒体用の単磁極型磁気へッドによる記録再生特性の測定を行なった。 図4に、 $100 \, \mathrm{k} \, \mathrm{FCI} \, (\mathrm{Flux} \, \mathrm{Change} \, \mathrm{per} \, \mathrm{Inch})$  の記録 密度における信号再生出力の、磁気へッドの書きこみ電流依存性を示す。軟磁性 裏打ち層の膜厚が0すなわち軟磁性裏打ち層がない場合には、再生出力はほとん ど得られない。また軟磁性裏打ち層の膜厚が $0.5 \, \mu \, \mathrm{m}$  より薄い場合には、再生 出力が比較的低く、また再生出力が書きこみ電流に対して飽和しないことがわかる。このように、書きこみ電流に対する再生出力の飽和が遅い場合、高い出力を 得るために大きな電流値が必要となる上、再生出力が飽和していない領域では、書きこみ電流の変動に対して再生出力が大きく変化してしまうため、実用上好ましくない。一方、軟磁性裏打ち層の膜厚が $0.5 \, \mu \, \mathrm{m}$  以上の場合には、十分な再生出力が得られ、かつ低い電流値で再生出力が飽和するため、実用的に優れた媒体であることがわかる。なお、軟磁性下地層の膜厚が同じ場合、非磁性下地層の 膜厚が異なっていても、再生出力の書きこみ電流依存性はほぼ同等であった。

[0057]

実施例3

非磁性下地層の膜厚を  $1.0 \mu m$ 、軟磁性下地層の膜厚を  $2.7 \mu m$ とし、軟磁性下地層中の平均 P 濃度を、以下に示す範囲でめっき浴の条件を変更することによって 0.5 w t %から 9 w t %まで変化させた以外は実施例 2 と同様にして、図 2 に示す垂直磁気記録媒体用ディスク基板を作製した。さらに実施例 1 と同様にして垂直磁気記録媒体を作製した。

# めっき浴(2):

硫酸ニッケル10~35g/リットル

次亜リン酸ナトリウム10~30g/リットル

酢酸ナトリウム10g/リットル

クエン酸ナトリウム15g/リットル

pH5.0~6.5 (NaOHとH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>により調整)

液温75~95℃

ここで、P濃度が 0.5 w t % の場合には、めっき浴が非常に不安定であり、 量産に耐えられるものではないことが判明した。

### [0058]

これらの媒体に対し、実施例 2 と同様に記録再生特性の測定を行なった。図 5 に、100 k F C I の記録密度における信号再生出力の、磁気ヘッドの書きこみ電流依存性を示す。軟磁性下地層中の平均 P 濃度が 6 w t %以下の場合には、十分な再生出力が得られているが、7 w t %では再生出力が低下すると共にその飽和が遅くなり、軟磁性裏打ち層としての機能が十分ではない。

#### [0059]

### 実施例4

軟磁性下地層中の平均 P 濃度を  $4 \le 4 \le 6$  、非磁性下地層の膜厚を  $1.0 \le 6$  の  $1.0 \ge 6$  の  $1.0 \le 6$ 

#### [0060]

作製したディスク基板の半径30mm程度の位置を8mm角に切り出して小片

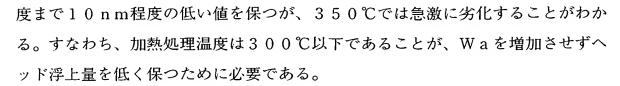
サンプルを作成し、最大印加磁場10k0eの振動試料型磁力計VSMを用いて小片サンプルのBs値を測定した。図6に、加熱処理時間を変えて作製したディスク基板小片のBs値の熱処理温度依存性を示す。図より、加熱処理を施すことで軟磁性下地層のBs値が加熱処理をしていない場合の0.15T程度から増加することがわかる。特に、200℃から300℃の温度で30分以上の加熱処理を行うことで、Bs値が0.3T程度まで増加しており、またこの温度範囲では30分以上加熱処理を行なってもBs値がそれ以上増加しておらず、30分の加熱時間がBs増加のためには十分であることがわかる。なお、350℃で熱処理を行なった場合、非磁性下地層が磁化したため正確な軟磁性下地層のBsを測定することができなかった。

### [0061]

#### 実施例5

# [0062]

これらの媒体の微小表面うねりWaを、Zygo社製光学式表面形状測定機を用いて、1mm四方の領域を長波長500μm, 短波長50μmのフィルターを通して測定した。さらに、スピンスタンドを用いて、予め媒体の回転数に対するヘッド浮上量を測定してある圧電素子を有する磁気ヘッドを媒体上で浮上させ、媒体の回転数を低下させていったときに圧電素子が発生する電圧が急激に増加する媒体回転数を測定し、それをヘッド浮上量に換算するという手法で、媒体上での磁気ヘッドの最小浮上量を測定した。図7に、軟磁性下地層の加熱温度に対する微小表面うねりWaと磁気ヘッドの最小浮上量の変化を示す。Wa値は加熱温度200℃程度までは0.2 nm程度で殆ど変化せず、300℃までの加熱により0.4 nm程度までわずかに増加する。この後、350℃の加熱によって急激にWa値は増加し0.8 nmに達する。一方ヘッド浮上量は、300℃の加熱温



### [0063]

### 比較例

磁気ディスク基板として、A1合金基体上の非磁性Ni-P下地層からなる従来のハードディスク用基板を用い、100℃から350℃までの温度範囲での60分間の加熱処理後に洗浄を行ない、その後実施例1と同様に、基板加熱ののち、Tiシード層10nm,CoCrPt合金磁気記録層30nm、カーボン保護層8nmを成膜後、真空装置から取り出し、パーフルオロポリエーテルからなる液体潤滑材層2nmをディップ法により形成し、垂直磁気記録媒体とした。これらの媒体の微小表面うねりWa及び磁気ヘッドの最小浮上量を実施例5と同様に測定した。図8にハードディスク基板の加熱温度に対する微小表面うねりWaと磁気ヘッドの最小浮上量の変化を示す。250℃以下の加熱温度ではWa及び浮上量はそれぞれ0.2nm及び10nm以下の小さな値を示すが、加熱温度300℃程度からWa及び浮上量は徐々に増加し、350℃ではWaが1nm以上にまで急激に増加し、浮上量も30nm程度まで増加してしまう。なお、300℃以下の加熱処理では非磁性Ni-P膜を十分に軟磁性化することができなかった

# [0064]

以上述べたように、本発明によれば、A1合金からなる非磁性ディスク状基体上に、無電界めっき法により、少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P系合金からなる軟磁性下地層を形成し、かつ軟磁性下地層の膜厚を3μm以上とすることで、量産性に優れ、かつ垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層としても機能し、表面硬度も確保された垂直磁気記録媒体用ディスク基板を実現することができる。

# [0065]

さらに、同一の効果は、同じくAI合金からなる非磁性ディスク状基体上に、 無電界めっき法により少なくとも1wt%以上6wt%以下のPを含むNi-P 

# [0066]

この場合、A 1 合金基体と軟磁性下地膜の間に非磁性下地層を介在させることで、A 1 合金と軟磁性N i -P 合金膜との密着性を更に高めることができる。そのための非磁性下地層の膜厚は0. 5  $\mu$  m以上であることが望ましい。また、高密度記録が可能な垂直磁気記録媒体用の軟磁性裏打ち層として機能させるためには、軟磁性下地層の膜厚が0. 5  $\mu$  m以上であることが必要である。非磁性下地層と軟磁性下地層の膜厚の和は3  $\mu$  m以上であることが、基板表面の硬度を確保するために必要である。

### [0067]

さらに、軟磁性下地層の組成については、P濃度が1wt%以下では安定な無電界めっき膜を形成することが困難であり、またPが6wt%を超える場合、Bs値が低下しすぎて軟磁性裏打ち層としての機能を果たさない。

#### [0068]

このような構成のディスク基板を、垂直磁気記録媒体用の非磁性基体として用いるためには、軟磁性下地層の表面粗さRaが0.5 nm以下であり、かつ微小表面うねりWaが0.5 nm以下であることが、情報の記録及び再生を行なう磁気へッドの浮上量を10 nm程度あるいはそれ以下にするために必要である。そのためには、軟磁性下地層の表面を、遊離砥粒を用いたポリッシングにより平滑化する必要がある。

#### (0069)

ここで、本発明の軟磁性Ni-P下地層は、従来の非磁性Ni-P層とほぼ同様なポリッシング処理を行うことで、優れた表面平滑性を得ることができ、ポリッシング処理に従来技術を活用できるという利点も有している。

# [0070]

上述した本発明による垂直磁気記録媒体用ディスク基板は、加熱処理を施さない状態でも軟磁性裏打ち層としての機能を果たすものであるが、軟磁性下地層の形成後に300℃以下の温度で30分以上の熱処理を行なうことは、軟磁性下地層のBs値が増加するために好適である。この場合も従来の非磁性Ni-P層とほぼ同様なポリッシング処理により表面の平滑化が可能である。

# [0071]

一方、300℃を超える温度で加熱処理を行なった場合には、非磁性Ni-P 層を加熱処理により軟磁性化した場合と同様なメカニズムにより、本発明の軟磁 性Ni-P下地層においても表面粗さの増大を招いてしまい適当ではない上、N i3P結晶が形成されてポリッシング処理による平滑化が困難となる。

# $\{0072\}$

さらに、以上説明した本発明による垂直磁気記録媒体用ディスク基板を用い、その上に少なくとも非磁性シード層、磁気記録層、保護層を順次形成した垂直磁気記録媒体は、発明者らの検討によれば、ディスク基板上の非磁性下地層が軟磁性裏打ち層として機能することから、二層垂直磁気記録媒体としての良好な記録再生特性を有しており、かつ、軟磁性裏打ち層が量産性の高い無電界めっき法により形成されていることから、これらの層を例えばスパッタリング法で形成する必要がないために非常に安価に製造することができる。

# [0073]

さらに、ディスク基板の軟磁性下地層表面に遊離砥粒を用いたテクスチャリング処理を施した後、スパッタリング法によって前記各層を順次形成することによって、ポリッシング行程によって軟磁性下地層表面に不可避的に残存するランダムなスクラッチ等による微小欠陥を回避することができ、さらに好適である。

# [0074]

#### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、量産性に優れ、かつ垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層としても機能し、表面硬度も確保された垂直磁気記録媒体用ディスク基板を実現することができ、この基板を用いて垂直磁気記録媒体を実現することができる。

# 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明の垂直磁気記録媒体用ディスク基板のうち、Al合金基体上に軟磁性下 地層を形成したディスク基板の断面模式図である。

# 【図2】

本発明の垂直磁気記録媒体用ディスク基板のうち、A 1 合金基体上に非磁性下 地層及び軟磁性下地層を積層して形成したディスク基板の断面模式図である。

### 【図3】

本発明による垂直磁気記録媒体の構成を示す断面模式図である。

### 【図4】

軟磁性下地層膜厚の異なる垂直磁気記録媒体の100kFCIの記録密度における信号再生出力の、磁気ヘッドの書きこみ電流依存性を示す図である。

### 【図5】

軟磁性下地層中の平均P濃度の異なる垂直磁気記録媒体の100kFCIの記録密度における信号再生出力の、磁気ヘッドの書きこみ電流依存性を示す図である。

#### 【図6】

熱処理時間を変えて作製した垂直磁気記録媒体用ディスク基板の小片の飽和磁 東密度Bs値の熱処理温度依存性を示す図である。

# 【図7】

垂直磁気記録媒体の微小表面うねりWaとヘッド浮上量の熱処理温度依存性を示す図である。

# 【図8】

非磁性Ni-P基板上に作製した垂直磁気記録媒体の微小表面うねりWaとヘッド浮上量の熱処理温度依存性を示す図である。

### 図9】

軟磁性下地層の膜厚に対する、媒体上の傷の度合いの変化を示す表図である。

#### 【図10】

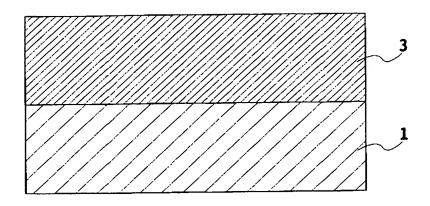
非磁性下地層及び軟磁性下地層のそれぞれの膜厚に対する、媒体上の傷の度合

いの変化を示す表図である。

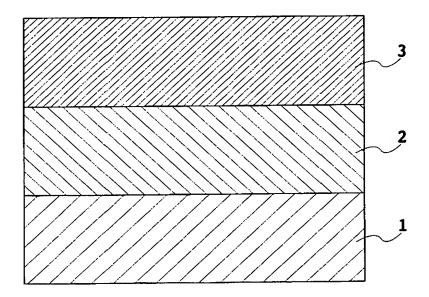
【書類名】

図面

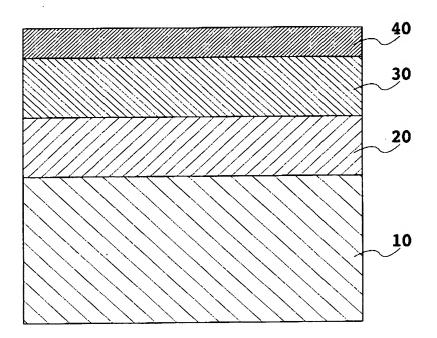
【図1】



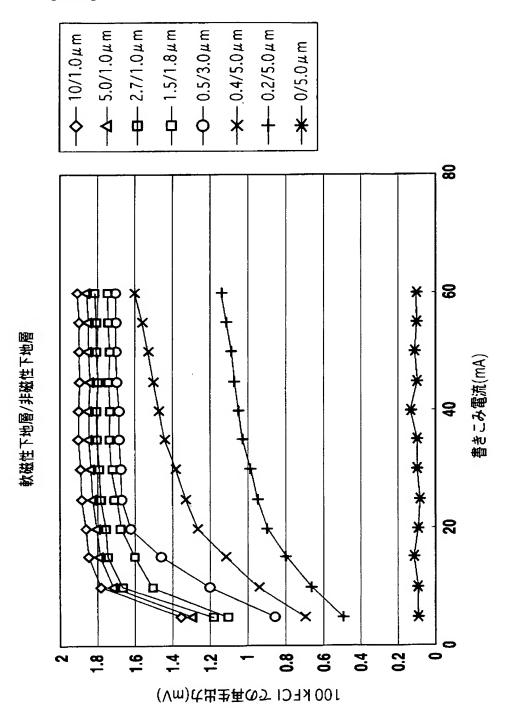
【図2】



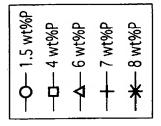
【図3】

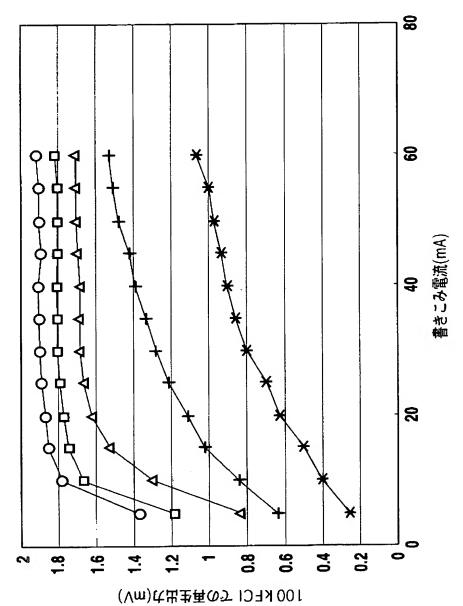


【図4】

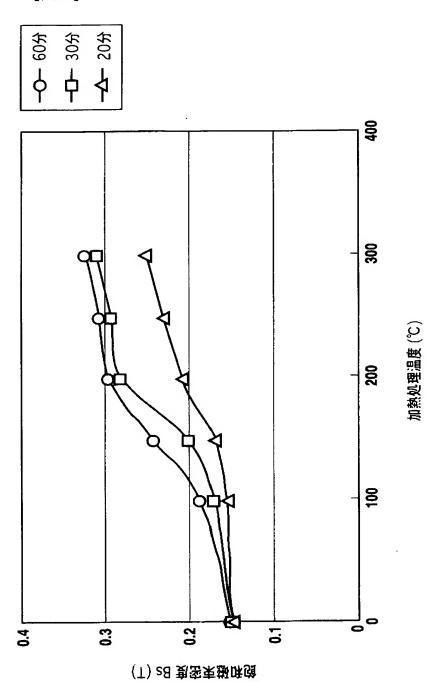


【図5】



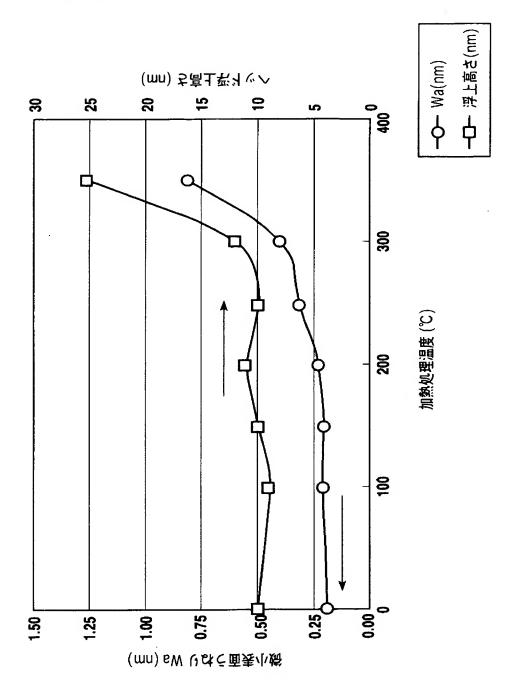




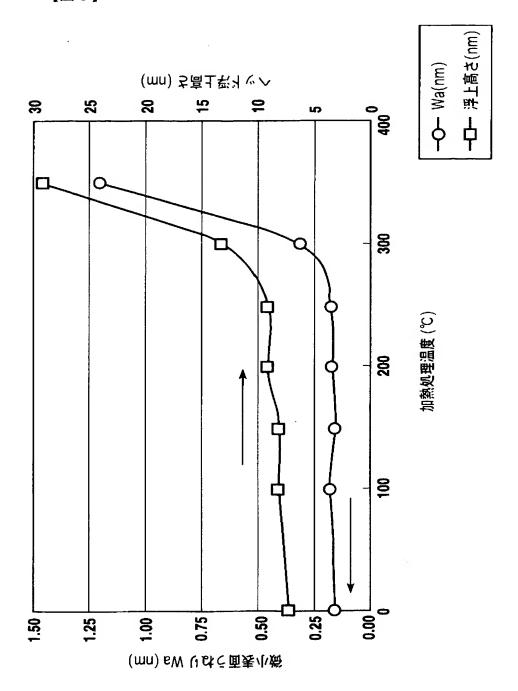


出証特2003-3103380

【図7】



【図8】



【図9】

第1表

軟磁性下地層 膜厚(μm)	傷の度合い	
0.0	×	
1.5	×	
2.7	Δ	
3.1	0	
4.0	0	
7.0.	0	
10.0	0	

記号の説明 ×:傷あり、 <u>△</u>:微小傷あり、 〇:傷なし

【図10】

第2表

軟磁性下地層 膜厚(μm)	非軟磁性下地層 膜厚(μm)	膜厚の和 (μm)	傷の度合い
0.0	5.0	5.0	0
0.5	1.0	1.5	×
0.5	3.0	3.5	0
1.5	0.5	2	×
1.5	1.2	2.7	Δ
1.5	1.8	3.3	0
2.7	1.0	3.7	0
3.1	0.5	3.6	0

記号の説明 ×:傷あり、 <u>△</u>:微小傷あり、 〇:傷なし

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 量産性に優れ、かつ垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層としても機能 し、表面硬度も確保された垂直磁気記録媒体用ディスク基板を実現すること。

【選択図】 図1

ページ: 1/E

【書類名】 出願人名義変更届(一般承継)

【整理番号】 02P01513

【提出日】平成15年11月 7日【あて先】特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2003-27486

【承継人】

【識別番号】 503361248

【氏名又は名称】 富士電機デバイステクノロジー株式会社

【承継人代理人】

【識別番号】 100088339

【弁理士】

【氏名又は名称】 篠部 正治 【電話番号】 03-5435-7241

【提出物件の目録】

【物件名】 権利の承継を証明する書面 1

【援用の表示】 特願2003-325949の出願人名義変更届(一般承継)に

添付した会社分割承継証明書

【物件名】 承継人であることを証明する書面 1

【援用の表示】 特願2002-298068の出願人名義変更届(一般承継)に

添付した登記簿謄本

【包括委任状番号】 0315472

# 特願2003-027486

# 出願人履歴情報

識別番号

[000005234]

1. 変更年月日

1990年 9月 5日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

氏 名

富士電機株式会社

2. 変更年月日

2003年10月 2日

[変更理由]

名称変更

住 所

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

氏 名 富士電機ホールディングス株式会社

特願2003-027486

出願人履歴情報

識別番号

[503361248]

1. 変更年月日

2003年10月 2日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都品川区大崎一丁目11番2号

氏 名 富士電機デバイステクノロジー株式会社